

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-255703

(43)Date of publication of application : 21.09.2001

(51)Int.Cl.

G03G 9/087  
G03G 9/08

(21)Application number : 2000-069965

(71)Applicant : FUJI XEROX CO LTD

(22)Date of filing : 14.03.2000

(72)Inventor : MATSUMURA YASUO  
YOSHIZAWA HISAE  
MAEHATA HIDEO  
SUWABE MASAOKI  
SUMIKURA YASUO

(54) ELECTROSTATIC CHARGE IMAGE DEVELOPING TONER AND METHOD OF MANUFACTURING THE SAME, DISPERSION LIQUID OF RESIN FINE PARTICLE, DISPERSION LIQUID OF RELEASE AGENT, ELECTROSTATIC CHARGE IMAGE DEVELOPER AND METHOD OF FORMING IMAGE

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide an electrostatic charge image developing toner and an electrostatic charge image developer showing excellent developing and transferring performance and excellent performance stability and high reliability for high picture quality, and to provide a method of manufacturing them and a method of forming an image.

SOLUTION: The electrostatic charge image developing toner has  $\leq 1.27$  grain size distribution index GSDpS in the small diameter side in the number distribution of the particle size. The GSDpS is defined by  $GSDpS = D50p/D16p$ , wherein D50p is the particle size of the particle corresponding to 50% accumulation in number in the distribution of the particle size and D16p is the particle size of the particle corresponding to 16% accumulation in number from the smaller particle size in the distribution of the particle size.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 23.01.2004

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 02.08.2005

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection] 2005-16699

[Date of requesting appeal against examiner's] 01.09.2005

decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

## (12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-255703

(P2001-255703A)

(43) 公開日 平成13年9月21日 (2001.9.21)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テマコード(参考)
G 0 3 G 9/087		G 0 3 G 9/08	3 6 5 2 H 0 0 5
9/08	3 6 5		3 8 1

審査請求 未請求 請求項の数 7 O L (全 15 頁)

(21) 出願番号	特願2000-69965(P2000-69965)	(71) 出願人	000005496 富士ゼロックス株式会社 東京都港区赤坂二丁目17番22号
(22) 出願日	平成12年3月14日 (2000.3.14)	(72) 発明者	松村 保雄 神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロックス株式会社内
		(72) 発明者	宮沢 久江 神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロックス株式会社内
		(74) 代理人	100079049 弁理士 中島 淳 (外3名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 静電荷現像用トナー及びその製造方法、樹脂微粒子分散液、離型剤分散液、静電荷現像用現像剤、並びに画像形成方法

(57) 【要約】

【課題】 すくれた現像、転写性能をもたらし、すぐれた性能安定性及び高画質高信頼性をもたらす静電荷現像用トナー、静電荷現像用現像剤及びそれらの製法、並びに画像形成方法の提供。

【解決手段】 粒径の数分布における小径側粒度分布指標 G S D p S が 1.27 以下であることを特徴とする静電荷現像用トナーにより上記課題を解決する。ここで、 $G S D p S = D_{50p} / D_{15p}$  であり、式中、 $D_{50p}$  は粒径の数分布における累積 50% となる粒径値であり、 $D_{15p}$  は粒径の数分布における小径側から累積 15% となる粒径値である。

(2)

特開2001-255703

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 以下の式によって表される粒径の数分布における小径側粒度分布指標 $GSD_p S$ が1.27以下であることを特徴とする静電荷像現像用トナー；

$$GSD_p S = D_{50p} / D_{16p}$$

（式中、 $D_{50p}$ は粒径の数分布における累積50%となる粒径値であり、 $D_{16p}$ は粒径の数分布における小径側から累積16%となる粒径値である）。

【請求項2】 少なくとも結着樹脂粒子を含む第1の粒子を分散させた分散液を用意する工程、該第1の粒子を凝集して凝集粒子を得る工程、及び該凝集粒子を加熱して融合させて静電荷像現像用トナーを得る工程を有する静電荷像現像用トナーの製造方法であって、該静電荷像現像用トナーは、以下の式によって表される粒径の数分布における小径側粒度分布指標 $GSD_p S$ が1.27以下であることを特徴とする静電荷像現像用トナーの製造方法；

$$GSD_p S = D_{50p} / D_{16p}$$

（式中、 $D_{50p}$ は粒径の数分布における累積50%となる粒径値であり、 $D_{16p}$ は粒径の数分布における小径側から累積16%となる粒径値である）。

【請求項3】 結着樹脂粒子のゼータ電位が、 $pH 2.5$ の分散液中で $-50mV$ 以下であることを特徴とする樹脂微粒子分散液。

【請求項4】 離型剤粒子を分散させた離型剤分散液であって、離型剤粒子の体積平均粒径が $100nm$ 以上 $300nm$ 以下の範囲にあり、かつ以下の式で表される粒径の体積分布における小径側粒度分布指標 $GSD_v S$ 及び大径側粒度分布指標 $GSD_v L$ ともに2.0以下であることを特徴とする離型剤分散液；

$$GSD_v S = D_{50v} / D_{16v}$$

（式中、 $D_{50v}$ は粒径の体積分布における累積50%となる粒径値であり、 $D_{16v}$ は粒径の体積分布における小径側から累積16%となる粒径値である）

$$GSD_v L = D_{50v} / D_{84v}$$

（式中、 $D_{50v}$ は粒径の体積分布における累積50%となる粒径値であり、 $D_{84v}$ は粒径の体積分布における小径側から累積84%となる粒径値である）。

【請求項5】 請求項3に記載の樹脂微粒子分散液、及び／または、請求項4に記載の離型剤分散液を用いることを特徴とする請求項2に記載の静電荷像現像用トナーの製造方法。

【請求項6】 静電荷像現像用トナーとキャリアとからなる静電荷像現像用現像剤であって、該静電荷像現像用トナーは、以下の式によって表される粒径の数分布における小径側粒度分布指標 $GSD_p S$ が1.27以下であることを特徴とする静電荷像現像用現像剤；

$$GSD_p S = D_{50p} / D_{16p}$$

（式中、 $D_{50p}$ は粒径の数分布における累積50%となる粒径値であり、 $D_{16p}$ は粒径の数分布における小径側

2

から累積16%となる粒径値である）。

【請求項7】 静電荷担持体上に静電潜像を形成する工程、現像剤で静電潜像を現像してトナー画像を現像剤担持体上に形成する工程、および前記トナー画像を転写体上に転写する工程を含む画像形成方法であって、前記現像剤が、静電荷像現像用トナーであるか又は該静電荷像現像用トナーとキャリアとからなり、該静電荷像現像用トナーは、以下の式によって表される粒径の数分布における小径側粒度分布指標 $GSD_p S$ が1.27以下であることを特徴とする画像形成方法；

$$GSD_p S = D_{50p} / D_{16p}$$

（式中、 $D_{50p}$ は粒径の数分布における累積50%となる粒径値であり、 $D_{16p}$ は粒径の数分布における小径側から累積16%となる粒径値である）。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、電子写真法または静電記録法等により形成される静電潜像を現像剤により現像する際に用いられる静電荷像現像用トナー及びその製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】電子写真法など静電荷像を経て画像情報を可視化する方法は、現在様々な分野で利用されている。電子写真法は、帯電、露光工程により感光体上に静電荷像を形成し、トナーを含む現像剤で静電潜像を現像し、転写、定着工程を経て画像を可視化する方法である。ここで用いられる現像剤には、トナーとキャリアとからなる2成分現像剤と、磁性トナーまたは非磁性トナーを単独で用いる1成分現像剤とがある。トナーの製法は通常、熱可塑性樹脂を顔料、帯電制御剤、ワックスなどの離型剤とともに熔融混練し、冷却後、微粉砕し、さらに分級する混練粉砕法が使用されている。これらトナーには、必要であれば流動性やクリーニング性を改善するための無機微粒子又は有機微粒子をトナー粒子表面に添加することもある。

【0003】通常の混練粉砕法では、トナー形状及びトナーの表面構造は、不定形であり、使用材料の粉砕性や粉砕工程の条件により微妙に変化する。したがって、所望のトナー形状及び表面構造に制御することは一般に困難である。また、特に粉砕性の高い材料をトナーとして用いる場合、現像機中における機械力などにより、さらに微粉のトナーの発生を招いたり、トナー形状の変化を招いたりすることがしばしばである。これらの影響により、2成分現像剤においては、該微粉がキャリア表面に固着して現像剤の帯電劣化が加速されたり、1成分現像剤においては、粒度分布が拡大してトナー飛散が生じたりするなど、トナー形状の変化による現像性の低下が生じ、その結果、画質の劣化が生じやすくなる。また、ワックスなどの離型剤を内添してトナー化する場合、熱可塑性樹脂との組合せにもよるが、トナー表面に離型剤が

(3)

特開2001-255703

3

露出し、これが影響を及ぼすこともある。特に、高分子成分により弾性が付与されたやわらかい樹脂とポリエチレンのような脆いワックスとの組合せでは、トナー表面にポリエチレンの露出が多く見られる。これは定着時の離型性や感光体上からの未転写トナーのクリーニングには有利であるが、表面のポリエチレンが機械力により粒々の部材に容易に移行するため、現像ロールや感光体、キャリアの汚染を生じやすくなり、信頼性の低下につながる。

【0004】また、トナー形状が不定形であるため、流動性助剤を添加しても流動性が充分にもたらされなかったり、使用中に機械力によってトナー表面の微粒子がトナー凹部分に移動して経時的に流動性が低下したりする。また、流動性助剤がトナー内部に埋没することにより、現像性、転写性、クリーニング性が悪化する。さらに、クリーニングにより回収されたトナーを再び現像機に供して使用するとさらに画質の低下を生じやすい。これらを防ぐためにさらに流動性助剤を増加すると、感光体上への黒点の発生や助剤粒子の飛散が生じるという状態に陥る。

【0005】近年、トナーを所望なトナー形状及び表面構造に制御することを可能とする手段として、特開昭63-282752号公報や特開平6-250439号公報に、乳化重合法によるトナーの製造方法が提案されている。これらは、一般に乳化重合などにより樹脂分散液を作製する一方、溶媒に着色剤を分散した着色剤分散液を作製し、2種の分散液を混合し、トナー粒径に相当する凝集体を形成し、加熱することによって融合一体化してトナーとする製造方法である。但し、これらの方法では、トナー表面と内部とが同様の組成となるため、トナー表面の組成を意図的に制御することは困難である。

【0006】上記のように、電子写真プロセスにおいて様々な機械的ストレス下でトナーが安定した性能を維持するには、表面への離型剤の露出を抑制したり、表面硬度を高めたり、表面の平滑性を高めたりすることが必要となる。また、離型剤がその性能を発揮するためには、表面に露出しないが、定着時により表面近傍に存在することが望ましい。

【0007】また、電子写真プロセスにおいてトナーの粒度分布にかかわる問題は数々ある。先に述べたようなトナーの機械力による破壊の問題は勿論のこと、元々のトナーの粒度分布が広いと現像の粒度選択性や転写における散らばりの発生、クリーニングのしやすさなどに影響が大きい。

【0008】また、一成分現像における現像ロール、帯電ロール、帯電ブレードなどの汚染も粒度分布が広いと起こりやすく、特に微粉側の影響が問題となる場合が多

(表面性指標値) = (比表面積実測値) / (比表面積計算値) 式I。

式I中、(比表面積計算値) =  $6 \sum (n \times R^2) / 50 \{ \rho \times \sum (n \times R^3) \}$  (ただし、n = (コールターカ

4

\*)。さらに、クリーニングによる回収トナーを再使用するシステムにおいても粒度分布の広いトナーは信頼性に劣る。

【0009】従来、粒度分布に関しては体積、又は数平均のGSDと呼ばれる指標を主に用いているが、これら指標でも特に小径トナーの比率の指標として、数平均GSDにおける小径側その大きさを記述するGSDpS =  $D_{50p} / D_{16p}$  という指標が重要であることが判明してきた。

【0010】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、従来のトナーにおける上記問題点を解消し、以下のそれぞれの目的又は以下の目的の組合せを達成する静電荷現像用トナー及びその製造方法、静電荷現像用現像剤、並びに画像形成方法を提供するものである。

【0011】即ち、本発明の目的は、

- 1) すぐれた現像、転写性能を提供することにある。
- 2) すぐれた性能安定性を得、高画質高信頼性を提供することにある。
- 3) キャリア汚染を起こしにくく長寿命な2成分現像剤を提供することにある。
- 4) 高い転写効率により、トナー消費量の少ない現像剤を提供することにある。
- 5) 現像ロール、帯電ロール、帯電ブレードなどの汚染をひき起こしにくい1成分トナーを提供することにある。
- 6) クリーナーから回収されたトナーを再使用するシステム、即ちトナーリサイクルシステムに用いることができるトナー又は現像剤であって、かつ高い信頼性をもたらすトナー又は現像剤を提供することにある。
- 7) クリーニング機構を有しないシステム、即ちクリーナーレスシステムにおいて、高画質を提供することにある。

【0012】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、鋭意検討の結果、以下の<1>～<15>により、上記目的を達成できることを見出した。即ち、<1> 以下の式Iによって表される粒径の数分布における小径側粒度分布指標GSDpSが1.27以下であることを特徴とする静電荷現像用トナー。

【0013】 $GSDpS = D_{50p} / D_{16p}$  式I。

(式中、 $D_{50p}$ は粒径の数分布における累積50%となる粒径値であり、 $D_{16p}$ は粒径の数分布における小径側から累積16%となる粒径値である)。

【0014】<2> 上記<1>の静電荷現像用トナーにおいて、さらに以下の式IIで表される表面性指標値が2.0以下であるのがよい。

5

ウンターにおけるチャンネル内の粒子数)、 $R$ =(コールターカウンターにおけるチャンネル幅)、及び $\rho$ =(トナー密度)である。)

【0015】<3> 少なくとも結着樹脂粒子を含む第1の粒子を分散させた分散液を用意する工程、該第1の粒子を凝集して凝集粒子を得る工程、及び該凝集粒子を加熱して融合させて静電荷像現像用トナーを得る工程を有する静電荷像現像用トナーの製造方法であって、該静電荷像現像用トナーは、上記式Iによって表される粒径の数分布における小径側粒度分布指標 $GSD_p S$ が1.27以下であることを特徴とする静電荷像現像用トナーの製造方法。

【0016】<4> 上記「第1の粒子を分散させた分散液を用意する工程」と、「該第1の粒子を凝集して凝集粒子を得る工程」との間には、第1の分散液とは別に、着色剤を少なくとも含む第2の粒子を分散させた第2の分散液を用意する工程、及び、前記第1の分散液と第2の分散液とを混合して混合粒子を得る工程とを有し、上記「凝集粒子を得る工程」が、混合粒子を凝集して凝集粒子を得る工程であることが好ましい。  
<5> 上記<3>または<4>の静電荷像現像用トナーの製造方法において、静電荷像現像用トナーは、上記式Iで表される表面性指標値が2.0以下であるのがよい。

【0017】<6> 結着樹脂粒子のゼータ電位が、 $pH 2.5$ の分散液中で $-50mV$ 以下であることを特徴とする樹脂微粒子分散液。

<7> 離型剤粒子を分散させた離型剤分散液であって、離型剤粒子の体積平均粒径が $100nm$ 以上 $300nm$ 以下の範囲にあり、かつ以下の式IIIで表される粒径の体積分布における小径側粒度分布指標 $GSD_v S$ 及び以下の式IVで表される大径側粒度分布指標 $GSD_v L$ ともに2.0以下であることを特徴とする離型剤分散液：

【0018】

$$GSD_v S = D_{50v} / D_{16v} \quad \text{式III}$$

(式中、 $D_{50v}$ は粒径の体積分布における累積50%となる粒径値であり、 $D_{16v}$ は粒径の体積分布における小径側から累積16%となる粒径値である)

$$【0019】GSD_v L = D_{50v} / D_{84v} \quad \text{式IV}$$

(式中、 $D_{50v}$ は粒径の体積分布における累積50%となる粒径値であり、 $D_{84v}$ は粒径の体積分布における小径側から累積84%となる粒径値である)。

【0020】<8> 上記<3>～<5>のいずれかの静電荷像現像用トナーの製造方法において、<6>の樹脂微粒子分散液、及び／または、<7>の離型剤分散液を用いることが好ましい。

【0021】<9> 上記<4>または<5>の静電荷像現像用トナーの製造方法において、第1の分散液及び第2の分散液とは別に、離型剤粒子を分散させた第3の

(4)

特開2001-255703

6

分散液を用意する工程を有し、混合粒子を得る工程において、該第3の分散液を第1の分散液及び第2の分散液と混合し混合粒子を得るのがよい。

【0022】<10> 上記<9>の静電荷像現像用トナーの製造方法において、第3の分散液が<7>の離型剤分散液であることが好ましい。

【0023】<11> 上記<4>、<5>、<8>～<10>のいずれかの静電荷像現像用トナーの製造方法において、第2の分散液中の着色剤を含む第2の粒子の体積平均粒径が $70nm$ 以上 $250nm$ 以下であるのがよい。

【0024】<12> 静電荷像現像用トナーとキャリアとからなる静電荷像現像用現像剤であって、該静電荷像現像用トナーは、上記式Iによって表される粒径の数分布における小径側粒度分布指標 $GSD_p S$ が1.27以下であることを特徴とする静電荷像現像用現像剤。

<13> 上記<12>の静電荷像現像用現像剤において、静電荷像現像用トナーは、上記式IIで表される表面性指標値が2.0以下であるのがよい。

【0025】<14> 静電荷担持体上に静電潜像を形成する工程、現像剤で静電潜像を現像してトナー画像を現像剤担持体上に形成する工程、および前記トナー画像を転写体上に転写する工程を含む画像形成方法であって、前記現像剤が、静電荷像現像用トナーであるか又は該静電荷像現像用トナーとキャリアとからなり、該静電荷像現像用トナーは、上記式Iで表される粒径の数分布における小径側粒度分布指標 $GSD_p S$ が1.27以下であることを特徴とする画像形成方法。

<15> 上記<14>の画像形成方法において、静電荷像現像用トナーは、上記式IIで表される表面性指標値が2.0以下であるのがよい。

【0026】

【発明の実施の形態】以下、本発明を詳細に説明する。本発明の静電荷像現像用トナーとは、単独で1成分現像剤として用いても、キャリアと共に2成分現像剤として用いてもよい。本発明の静電荷像現像用トナーは、上記式Iで表される粒径の数分布における小径側粒度分布指標 $GSD_p S$ が1.27以下、好ましくは1.26以下、より好ましくは1.25以下であるのがよい。

【0027】トナーの現像及び／又は転写性能において一般に、その微粉含有比率は、性能、信頼性の点から極めて大きな影響を有する。即ち、従来より知られているように、小径トナーの付着力が大きいと、静電的制御が困難となりやすく、2成分現像剤を用いる場合はキャリア上に残留しやすい。繰り返しの擦れ力を与えられると、キャリア汚染を招き、結果としてキャリアの劣化を促進する。また、小径トナーは付着力が大きいと、現像効率の低下も発生し、結果として画質欠陥が生じる。転写工程では、感光体上に現像されたトナーのうち、小径成分の転写が困難になりやすく、結果的に転写効率

50

(5)

特開2001-255703

7

8

悪くなり、排トナーの増加や、画質不良などが生じる。

【0028】上記式Iで表されるGSDpSは、上記問題点を解決するために、本発明者が見出した指標である。即ち、その値が上記範囲にあると、上記問題点を解決できることが判明した。

【0029】該トナーの製造方法は、得られるトナーのGSDpSが上記範囲にあれば、その製法は制限されるものではなく、従来の湿練粉砕法によって得られたトナーであっても、懸濁重合を用いて粒子化して得られたトナーであっても、いわゆる分散重合とよばれる製法によって得られたトナーであってもよい。例えば、従来の湿練粉砕法の場合、粉砕後に得られたトナーを多数回に亘って分級操作を行うのがよい。

【0030】また、例えば懸濁重合により、スチレンなどの単量体、顔料、及びワックスなどを水中でせん断することにより分散した後、加熱重合し、粒子化するトナー製法を用いてもよい。この場合、湿練粉砕法と同様に機械力（せん断力）による粒子化が支配的であるため、得られた粒子の粒度分布が広くなりがちである。したがって、上記範囲を満たすトナーを得るには、湿練粉砕法と同様に、分級操作を行うのがよい。

【0031】また、このように、機械力に依存せずに微粉粒度分布の狭いトナーの製造方法として、分散重合とよばれる方法がある。この方法は、単量体を溶解する媒体中で粒子を析出重合させる方法である。この方法は、\*

（表面性指標値）＝（比表面積実測値）

式I中、（比表面積計算値）＝ $6 \sum (n \times R^2) / \{ \rho \times \sum (n \times R^3) \}$ であり、nは（コールターカウンターにおけるチャンネル内の粒子数）であり、Rは（コールターカウンターにおけるチャンネル粒径）であり、かつρは（トナー密度）である。即ち、（比表面積計算値）は、粒度分布を考慮した上で、球換算比表面積を計算している。

【0035】また、式Iにおいて、（比表面積実測値）はBET法により得られた実測値である。これらの値から得られる表面性指標値は、得られた粒子が完全平滑球である場合、原理的には1.0となる。但し、実際は、粒度分布又はBET比表面積測定に誤差が存在し、1.0以下の値となることもある。

【0036】トナーは通常、平均粒径200nm以下の微小なシリカや酸化チタンまたは樹脂などの無機微粒子または有機微粒子を表面に付着させてなる。これにより、トナーそのものの流動性のみならず、トナーの感光体や中間転写体への裏面の接触面積を減少させて、転写性の改善、ついでにはべた部の濃度均一性、細線再現性の改善などを行う。このとき、トナー表面が平滑でない場合、これらの微粒子は、現像時のトナー凹部に容易に移動し、目的の効果を達成することができなくなる。したがって、特に、7μm以下のような小径トナーの場合、表面性指標値が上記範囲にあるのがよい。

\* 重合媒体として多量の有機溶剤を必要とすることやトナー着色の手段の限定が生じるなどの課題はあるが、この方法によって得られたトナーであってもよい。

【0032】さらに、乳化重合凝集法によるトナーの製造方法が提案されている。この製法によって得られたトナーであってもよい。これらは、特開昭63-282752号公報や特開平6-250439号公報に開示されており、狭い微粉粒度分布を表現できる製法である。この方法は一般に、乳化重合などにより樹脂分散液を調製する一方、別個に溶媒に着色剤を分散させた着色剤分散液を調製し、これらの分散液を混合し、トナー粒径に相当する凝集体を形成し、加熱することによって融合合一しトナーとする製造方法である。なお、この製法において、所望により、トナーに離型剤を含有させることもできる。この場合、樹脂分散液及び着色剤分散液とは別個に、離型剤を分散させた離型剤分散液を調製し、これを上記分散液と混合し、その後凝集体を形成するのがよい。

【0033】また、本発明の静電荷像現像用トナーは、上記GSDpSの他に、式IIで表される表面性指標値が2.0以下、好ましくは1.8以下、より好ましくは1.6以下であるのがよい。即ち、この表面性指標値は、トナー表面が平滑であることを示す指標であり、式IIで表される。

【0034】
$$\frac{(\text{比表面積計算値})}{(\text{比表面積実測値})} \quad \text{式II}$$

【0037】表面性指標値は、凝集粒子の融合時の条件や洗浄条件に依存する。また、表面性指標値は、上述の分散液を用いる乳化重合凝集法において、結着樹脂粒子、顔料などの着色剤、及び離型剤などの分散粒子その他の諸条件に依存する。これらの諸条件が、以下の要件を満たすのがよい。

【0038】即ち、結着樹脂粒子は、該結着樹脂粒子が分散される分散液中であって該液のpHが2.5である分散液中で、結着樹脂粒子のゼータ電位が、-50mV以下、好ましくは-55mV以下であるのがよい。下限は明らかではないが、-55mV～-100mVの範囲ではほぼ同様の効果がみられ、凝集粒子の狭粒度分布化に寄与する。また、上記範囲の分散液は、分散安定性が良好となり、保存安定性に優れる。結着樹脂粒子の粒径は、100nm～400nmであるのがよい。但し、上述のゼータ電位の方が、凝集粒子の狭粒度分布化に寄与する。なお、凝集粒子に小径側微粒子が少ないことは原理的に先に定義した表面性指標も良化する方向となる。

【0039】一般に、上述の分散液を用いる乳化重合凝集法において、結着樹脂粒子、顔料などの着色剤粒子、ワックスなどの離型剤粒子は、水を含む分散液中で電荷を有する微粒子となる。これらの微粒子を反対の電荷を有する凝集剤で凝集するか、又は各粒子の極性を異ならせる電荷打ち消しを行うかなどにより、凝集を行う。し

9

たがって、この方法は基本的に、電荷による相互作用が、得られる凝集粒子の粒度分布に大きく寄与する。なお、粒子の流動状態、系の均一性、温度の均一性を支配する因子としての媒体へのせん断力は二次的要因となる。よって、粒度分布を支配する電荷的相互作用として、上記ゼータ電位を定量的な指標として用いるのが好ましい。ゼータ電位は、各粒子の有する電荷指標、および粒子そのものの大きさに依存する。

【0040】トナーに離型剤を含有させる場合であって、該離型剤を分散液で供給する場合、該離型剤の分散液中での体積平均粒径が100nm以上300nm以下、好ましくは100～250nm、より好ましくは100～200nmの範囲にあるのがよい。

【0041】体積平均粒径の値が低すぎると（100nm以下となると）、ワックスなどの離型剤が結着樹脂中に相溶しやすくなってトナー化後の定着時に離型効果が著しく小さくなる傾向にある。また、結着樹脂のTgが低下して、粉体流動性に問題が生じる傾向にある。一方、体積平均粒径の値が高すぎると（300nm以上では）、凝集合一時のGSDが悪化する傾向にある。また、表面に離型剤が露出する傾向にあり、これにより表面性指標が悪化し、結果として粉体流動性の悪化や転写効率の低下が生じる傾向にある。

【0042】また、分散液中での該離型剤の粒子は、以下の式ⅠⅠで表される粒径の体積分布における小径側粒度分布指標GSDvS及び以下の式ⅠⅤで表される大径側粒度分布指標GSDvLともに2.0以下、好ましくは1.8以下であるのがよい。

【0043】

$$GSDvS = D50v / D16v \quad \text{式ⅠⅠ}$$

式ⅠⅠ中、D50vは粒径の体積分布における累積50%となる粒径値であり、D16vは粒径の体積分布における小径側から累積16%となる粒径値である。

【0044】

$$GSDvL = D50v / D84v \quad \text{式ⅠⅤ}$$

式ⅠⅤ中、D50vは粒径の体積分布における累積50%となる粒径値であり、D84vは粒径の体積分布における小径側から累積84%となる粒径値である。

【0045】GSDvSが大きすぎると、離型剤が結着樹脂中に相溶しやすくなってトナー化後の定着時に離型効果が著しく小さくなる傾向にある。一方、GSDvLが大きすぎると、粗粉の影響により凝集合一時のGSDが悪化しやすくなるとともに、表面に離型剤が露出する傾向にあり、粉体流動性の悪化や転写効率の低下が生じる傾向にある。また、上記分散状態の分散液は、粗大粒子や凝集粒子の沈降の発生が無く、長期にわたり分散安定性を保つことができる。また、分散安定性にも優れたものとなる。なお、離型剤に用いられる材料は後述するが、これらの値は、離型剤としてワックス様樹脂を用いる場合に特に効果的である。

(6)

特開2001-255703

10

【0046】着色剤粒子は、分散液中でのその粒度分布を制御するのがよい。顔料などの着色剤を分散させた分散液中で、該着色剤粒子の体積平均粒径が70nm以上250nm以下、好ましくは80～200nm、より好ましくは90～150nmであるのがよい。

【0047】体積平均粒径が大きすぎると（250nmを超える場合は）、特にシアン、マゼンタ、イエローなどのカラートナーの場合、画像形成後の透明性が低下する傾向にあり、特にトランスペアレncyなどに使用した場合、濁った表示状態となって好ましくない。また、凝集合一工程においてGSD、特にGSDpSが悪化し、上記問題が発生する傾向にある。

【0048】また、体積平均粒径が小さすぎると（70nm以下となった場合）、トナーの合一時に合一阻害効果をもつことになり、形状の制御が困難になる傾向にある。また、上述の表面性指標が悪化し、トナーの表面が荒くなり、外添剤などを使用した場合の効果が小さくなり、流動性が悪化したり、背景部ががぶりやすくなる傾向にある。

【0049】トナーの製造方法、特に乳化重合凝集法を用いるトナーの製造方法において、上記要件の一部、または全てを満たすと、GSDpSが1.27以下という狭粒度分布のトナーを、分級などの余分な操作なしに、比較的容易に得ることができる。

【0050】なお、上記結着樹脂粒子のゼータ電位は、(i)乳化重合凝集法に用いる界面活性剤の量及び/又は(ii)重合に用いるビニル系単量体に解離性の高分子酸などを混合して重合時に共重合体として樹脂粒子に取り込ませること、並びに(iii)重合開始剤の使用量によって樹脂の高分子末端に残留する硫酸基、スルホン酸基量を調整することによって、その値を制御することができる。

【0051】離型剤、特にワックス様樹脂を、水を含む液に分散させて分散液を得るには、加熱吐出型のホモジナイザー（ゴーリンホモジナイザー（盟和商事社製）など）を用いるのが極めて有効である。また、粒度及びその分布の調整は、使用する分散剤の量、温度、圧力、分散パス回数などに依存する。

【0052】顔料などの着色剤を分散させるには、上記と同様の分散機を用いることができる。また、この場合も、粒度及びその分布の調整は、使用する分散剤の量、圧力、分散パス回数などに依存する。顔料などの着色剤は、ボールミル、サンドミルなどを用いて液中に分散させることができる。この場合、粒度及びその分布の調整は、分散時間、使用する分散剤の量、メディア材質、量などに依存する。

【0053】本明細書において、ゼータ電位は、以下のような条件で測定した。即ち、電気泳動光散乱光度計LEZA600（大塚電子（株）製）を用い、その測定条件を次のようにした。測定条件：10mMのNaCl

50



11

水溶液中に試料を超音波分散（0.01％）し、0.1 NのHCLaqおよび0.1 N NaOHaqを用いて試料のpHを調整後、印加電圧80Vにて測定を行った。

【0054】また、本明細書において、ワックスなどの離型剤、顔料などの着色剤の粒径、粒径分布の測定は以下のように行った。即ち、日機装マイクロトラックUPAを用い、測定温度として23℃恒温槽を使用し、測定時間を300秒、測定回数：1回、媒体：水（屈折率1.33）、シグナルレベル：0.65～0.75の条件下で測定を行った。

【0055】従来より用いられてきた粒度分布の指標、即ち体積GSD $\nu$ 及び数GSD $p$ を、本発明においても簡易的に用いることができる。

体積GSD $\nu = (D_{84}\nu / D_{16}\nu)^{1/3}$ 。

数GSD $p = (D_{84}p / D_{16}p)^{1/3}$ 。

式中、D $_{84}$ は粒度分布における累積84％となる粒径値であり、 $\nu$ 及び $p$ はそれぞれ体積粒度分布及び数粒度分布を意味する。また、式中、D $_{16}$ は粒度分布における累積16％となる粒径値であり、 $\nu$ 及び $p$ はそれぞれ体積粒度分布及び数粒度分布を意味する。

【0056】トナー中の粗粉比率が大きいと、画質及び／又は信頼性の低下に繋がってくる。上記乳化重合凝集法を用いるトナー製法の場合、通常の混練粉砕法に比較して、GSDが1.30以下である（良好なGSDの）トナーが得られやすい傾向にある。しかし、一般に16 $\mu$ m以上の体積粒子比率が5％以下の場合、GSDで管理することが困難となりやすい。また、上記のように物理化学的な製法では、攪拌不良や、反応容器、撹拌翼に付着した固着分起因する粗粉の発生はある程度避けられない。これらの粗粉は、乾写工程における不均一なギャップ形成の原因となったり、非画像部への散らばりを発生しやすく、画質劣化に大きくかかわる。さらには現像時におけるトナー飛散の原因ともなるため、機内の汚染による信頼性低下をも引き起こす。これらの問題は、高乾写効率を実現する球形トナーの場合、粗粉が画像近傍に大きく飛散しやすくさらに影響が大きくなる。

【0057】したがって、上記乳化重合凝集法を用いるトナー製法の場合、これらの粗粉を除去するため、粒子形成後に開口が10 $\mu$ mのフィルターバッグやメッシュなどを使い、ろ過することが有効であり、この過渡を必要に応じて多段または繰り返し行うことも効果的である。

【0058】また、粗粉比率の画質への影響は、トナー径が小径であったり、トナー形状が球形に近いほど大きくなる。特に、トナー径が7 $\mu$ m以下である場合及び以下で示すトナー形状係数SF1が1.00～1.30である場合、粗粉比率を、上記のようなフィルター又はメッシュなどにより、低減するのがよい。

【0059】

(7)

特開2001-255703

12

$SF1 = (ML^3/A) \times (\pi/4) \times 100$ 。

式中、MLはトナー粒子の絶対最大長であり、Aはトナー粒子の投影面積である。これらは、主に顕微鏡画像または走査電子顕微鏡画像を画像解析装置によって解析することによって数値化することができる。

【0060】ここで、乳化重合凝集法によるトナーの製造方法をまとめて記載する。この方法は、乳化重合などにより樹脂分散液を調製する工程、樹脂分散液とは別個に溶媒に着色剤を分散させた着色剤分散液を調製する工程、所望により樹脂分散液及び着色剤分散液とは別個に離型剤を分散させた離型剤分散液を調製する工程を有する。次いで、得られた樹脂分散液及び着色剤分散液、並びに所望により離型剤分散液を混合して、混合粒子を形成する。その後、該混合粒子を、所望により凝集剤などを添加することにより、凝集させ凝集体を形成する。その後、該凝集体を加熱して融合合一し、トナーを得る。

【0061】通常、上述のように、樹脂分散液及び着色剤分散液、並びに所望により離型剤分散液を一括で混合する。そのため、得られる凝集体は、2種又は3種の成分が均一に混合された状態となる。この凝集体を合一すると、通常は、トナー組成が表面から内部まで均一になる。特に、離型剤を含有する場合、均一混合のため、得られたトナー表面にも離型剤が存在することになる。この表面に存在する離型剤により、フィルミングの発生が生じ得る。また、流動性を付与するために添加した外添剤がトナー内部に埋没するなどの現象が生じやすくなる。

【0062】そこで、本発明者らは、分散液の混合工程と凝集体形成工程とを1セットとするか、又は混合工程と凝集体形成工程と融合合一化工程とを1セットとし、これらのセットを複数回繰り返す工程を設けることを見出した。

【0063】このようなセットを複数回繰り返すことを、以下により具体的に説明する。なお、説明を簡略化するため、第1の粒子を第1の濃度で含む第1の分散液（以下、A1と略記する）及び第1の粒子を第2の濃度（第1の濃度とは異なる）で含む第1の分散液（以下、A2と略記する）、並びに第2の粒子を第1の濃度で含む第2の分散液（以下、B1と略記する）及び第2の粒子を第2の濃度（第1の濃度とは異なる）で含む第2の分散液（以下、B2と略記する）を用いることにする。

【0064】まず、A1とB1とを混合し（第1の混合工程）、均一に混合したものを凝集させて凝集体11を形成する（第1の凝集体形成工程）。この凝集体11を母体凝集粒子とし、この母体凝集粒子を分散させた液に、A2及びB2を混合する（第2の混合工程）。この混合物を凝集させて凝集体1122を形成する（第2の凝集体形成工程）。このようにして得られた凝集体1122を加熱して融合合一化し、トナーを得る。

【0065】または、次のような工程を採用することも

(8)

特開2001-255703

13

できる。即ち、上記凝集体11を加熱して融合一体化し（第1の融合一体化工程）、母体凝集粒子(11)'を得る。この母体凝集粒子(11)'を分散させた分散液中に、A2及びB2を混合する（第2の混合工程）。この混合物を凝集させて凝集体(11)'22を形成する（第2の凝集体形成工程）。このようにして得られた凝集体(11)'22を加熱して融合一体化し、トナーを得る（第2の融合一体化工程）。このように第1の融合一体化工程を設けることにより、母体粒子が核となり、この核の組成及び物性を維持したまま、さらにこの核の表面にあらたな粒子を凝集させることができる。

【0066】さらに、これらのセットを複数回繰り返す工程中、上記第1及び第2の凝集体形成工程において、凝集剤の量、バランスを変更するのよい。即ち、セットを単数回行う際の凝集剤の量、バランスを基準とした場合、第1の凝集体形成工程において、各極性のイオン性界面活性剤の量、バランスを該基準から予めずらしておく。ついで、第2の凝集体形成工程において、上記バランスのずれを補填するような極性、量の界面活性剤を添加する方法を採用することができる。

【0067】上記において、セットを2回繰り返すことを説明したが、3回以上繰り返すことができるのは、当業者であれば容易に想到できるであろう。また、上記において、異なる2種の粒子を分散した分散液であって異なる2種の濃度の分散液（A1とA2、及びB1とB2）を用いたが、この粒子の種類を3種以上に増やすこと、その濃度を3種以上に増やすこと、及び粒子の種類と種々の濃度とを様々に組合せて用いることができることは、当業者であれば容易に想到できるであろう。

【0068】このように、セットを複数回繰り返すことにより、トナー粒子の内部から表面にかけて段階的に組成、物性を変化させることができる。したがって、トナー構造制御を極めて容易に行うことができる。

【0069】また、これらのセットを複数回繰り返すことは、多色のトナーを用いるカラートナーを製造する方法として用いることができる。例えば、多色のトナーを用いるカラートナーの場合、第1のセットで樹脂粒子分散液と顔料粒子分散液を用いて母体凝集粒子を作製し、第2のセットで樹脂粒子分散液のみを用いてトナーを作製し、該トナー表面に樹脂層のみを形成する。これにより顔料粒子が表面に露出しないので、該顔料粒子による帯電挙動への影響を最小限にすることができる。したがって、顔料の種類による帯電特性の差が出にくいように制御することができる。また、第2のセットで用いる樹脂粒子分散液中の樹脂を高ガラス転移点を有するものに設定すれば、カプセル状にトナーを被覆することができる。これにより、熱保存性をもたらすことができ、上記とあわせて、熱保存性及び定着性を両立することができる。

【0070】また、第2のセットで、無機微粒子分散液

14

を用いてトナーを作製すると、該トナー表面が無機微粒子で覆われ、無機粒子によりカプセル化された構造を作製することもできる。

【0071】さらに、第2のセットで、ワックスなどの離型剤粒子分散液を加えて新たな母体粒子を形成し、さらに第3のセットで高硬度の樹脂又は無機粒子を分散させた分散液を用いて最表面にシェルを形成すれば、ワックスの露出を抑制しながら定着時には有効にワックスが離型剤として作用するように、トナー構造を制御することができる。勿論、第1のセットで母体凝集粒子に離型剤粒子を含有させ、第2のセットで最表面にシェルを形成しワックスの露出を抑制してもよい。

【0072】本発明に用いられる結着樹脂、特に熱可塑性結着樹脂となる重合体の例として、スチレン、パラクロロスチレン、 $\alpha$ -メチルスチレン等のスチレン類；アクリル酸メチル、アクリル酸エチル、アクリル酸n-プロピル、アクリル酸ラウリル、アクリル酸2-エチルヘキシル、メタクリル酸メチル、メタクリル酸エチル、メタクリル酸n-プロピル、メタクリル酸ラウリル、メタクリル酸2-エチルヘキシル等のビニル基を有するエステル類；アクリロニトリル、メタクリロニトリル等のビニルニトリル類；ビニルメチルエーテル、ビニルイソブチルエーテル等のビニルエーテル類；ビニルメチルケトン、ビニルエチルケトン、ビニルイソプロピルケトン等のビニルケトン類；エチレン、プロピレン、ブタジエンなどのポリオレフィン類などの単量体などの重合体またはこれらの混合物；さらにエポキシ樹脂、ポリエステル樹脂、ポリウレタン樹脂、ポリアミド樹脂、セルロース樹脂、ポリエーテル樹脂等、非ビニル縮合系樹脂、あるいはこれらと前記ビニル系樹脂との混合物やこれらの共存下でビニル系単量体を重合する際に得られるグラフト重合体等を挙げることができる。

【0073】ビニル系単量体の場合、イオン性界面活性剤などを用いて乳化重合やシード重合を実施して樹脂粒子分散液を作成することができる。その他の樹脂の場合、その樹脂が油性であって水への溶解度が比較的低い溶剤に溶解するものであれば、該樹脂をそれらの溶剤に溶解し、水にイオン性界面活性剤及び／又は高分子電解質を溶解し、それらと共にホモジナイザーなどの分散機により水中に微粒子分散するのがよい。その後、加熱または減圧して溶剤を蒸散することにより、樹脂分散液を調製するのがよい。

【0074】解離性ビニル系単量体の例として、アクリル酸、メタクリル酸、マレイン酸、ケイ皮酸、フマル酸、ビニルスルホン酸、エチレンジイミン、ビニルピリジン、ビニルアミンなど高分子酸、高分子塩基の原料となる単量体をいずれも使用することができる。重合体形成反応の容易性などから高分子酸が好適であり、さらに、アクリル酸、メタクリル酸、マレイン酸、ケイ皮

15

酸、フマル酸などのカルボキシル基を有する解離性ビニル系単量体が重合度制御、ガラス転移点の制御のために好ましい。

【0075】離型剤の例として、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリブテン等の低分子量ポリオレフィン類；加熱により軟化点を有するシリコン類；オレイン酸アミド、エルカ酸アミド、リシノール酸アミド、ステアリン酸アミド等のような脂肪酸アミド類；エステルワックス、カルナウバワックス、ライスワックス、キャンデリラワックス、木ロウ、ホホバ油等のような植物系ワックス；ミツロウのような動物系ワックス；モンタンワックス、オゾケライト、セレンシ、パラフィンワックス、マイクロクリスタリンワックス、マイクロクリスタリンワックス、フィッシュアトログシユワックス等のような鉱物、石油系ワックス；及びそれらの変性物を用いることができる。

【0076】これらのワックス類などの離型剤は、水中にイオン性界面活性剤や高分子酸や高分子塩基などの高分子電解質とともに分散する。その後、用いる離型剤の融点以上に加熱するとともに強い剪断力が付与できるホ

モジナイザーや圧力吐出型分散機により微粒子化し、1  $\mu\text{m}$ 以下の粒子の分散液を調製することができる。

【0077】着色剤、及び該着色剤と共に含めることができる内添剤の例として、カーボンブラック、クロムイエロー、ハンザイエロー、ベンジジンイエロー、スレンイエロー、キノリンイエロー、パーメントオレンジGR、ピラズロンオレンジ、バルカンオレンジ、ウオッチヤングレッド、パーマネントレッド、ブリリアンカーミン3B、ブリリアンカーミン6B、ダイボンオイルレッド、ピラズロンレッド、リゾールレッド、ローダミンBレーキ、レーキレッドC、ローズベンガル、アニリンブルー、ウルトラマリンブルー、カルコオイルブルー、メチレンブルークロライド、フタロシアニンブルー、フタロシアニングリーン、マラカイトグリーンオクサレレート、などの種々の顔料；アクリジン系、キサンテン系、アゾ系、ベンゾキノロン系、アジン系、アントラキノ

ン系、チオインジゴ系、ジオキサジン系、チアジン系、アゾメチン系、インジゴ系、チオインジゴ系、フタロシアニン系、アニリンブラック系、ポリメチン系、トリフェニルメタン系、ジフェニルメタン系、チアジン系、チアゾール系、キサンテン系などの各種染料；などを挙げることができる。着色剤は1種単独で、又は複数種類を併せて使用することができる。

【0078】また、内添剤として、フェライト、マグネタイト、還元鉄、コバルト、ニッケル、マンガン等の金属、合金、又はこれら金属を含む化合物などの磁性体を用いることができる。帯電制御剤として4級アンモニウム塩化合物、ニグロシン系化合物、アルミ、鉄、クロムなどの錯体からなる染料やトリフェニルメタン系顔料など通常使用される種々の帯電制御剤を使用することもで

(9)

特開2001-255703

16

きる。但し、これらの内添剤のうち、凝集や合一時の安定性に影響するイオン強度の制御と廃水汚染減少の点から、水に溶解しにくい材料を用いるのがよい。

【0079】無機微粒子の例として、シリカ、アルミナ、チタニア、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、リン酸三カルシウムなど通常トナー表面の外添剤として使うすべてのものを挙げるができる。これらをイオン性界面活性剤、高分子酸、高分子塩基で分散させることにより、無機微粒子の分散液を調製することができる。この分散液を上記の乳化重合凝集法を用いるトナーの製法において用いることができる。

【0080】また、通常のトナーと同様に、上記製法で得られたトナー粒子を乾燥後、シリカ、アルミナ、チタニア、炭酸カルシウムなどの無機粒子やビニル系樹脂、ポリエステル、シリコンなどの樹脂微粒子を乾燥状態でせん断をかけて、表面に添加して流動性助剤やクリーニング助剤として用いることもできる。

【0081】樹脂粒子を形成する乳化重合又はシード重合に；樹脂粒子、顔料などの着色剤、又は離型剤の分散に；混合粒子の凝集に；または凝集体の安定化などに、界面活性剤を用いることができる。これらの界面活性剤の例として、硫酸エステル塩系、スルホン酸塩系、リン酸エステル系、せっけん系等のアニオン界面活性剤；及びアミン塩型、4級アンモニウム塩型等のカチオン系界面活性剤；を挙げることができる。また、上記の界面活性剤と、ポリエチレングリコール系、アルキルフェノールエチレンオキサイド付加物系、多価アルコール系等の非イオン性界面活性剤を併用することも効果的である。

【0082】なお、分散のための手段として、回転せん断型ホモジナイザーやメディアを有するボールミル、サンドミル、ダイノミルなどの一般的なものを用いることができる。

【0083】また、樹脂と顔料からなる複合体を用いる場合、樹脂と顔料を溶剤中に溶解分散した後、上にも述べたように適当な分散剤と共に水中に分散し、加熱、減圧により溶剤を除去して得る方法や乳化重合やシード重合により作成されたラテックス表面に機械的せん断、または電気的に吸着、固定化することにより作成、準備することができる。これらの方法は、追加粒子としての顔料の遊離を抑制したり、帯電性の顔料依存性を改善することに有効である。

【0084】

【実施例】（実施例1）下記組成を、秤取りし、予備混合後、パンバリーミキサー（神戸製鋼製）にて濃練し、粗粉碎した。その後、ジェットミルにて粉碎、小型エルボージェットにて、粗粉側1回、微粉側2回の分級を実施して、平均粒径6.8  $\mu\text{m}$ 、体積GSD1.24、GSDpSが1.27であるブラックトナーX-1を得た。このトナーX-1の形状係数SF1は、1.45であった。また、このトナーX-1の表面性指標は、3.22

(10)

特開2001-255703

17

18

であった。

\* \* 【0085】

87重畳部

ポリエステル樹脂

(ビスフェノールA-フマル酸-プロピレンオキシド系)

(花王製試作品、Mw3.2万、Mw0.7万、ガラス転移点57℃)

カーボンブラック リーガル330(キャボット社製)

5重畳部

ハイワックス200P(三井化学製ポリエチレンワックス)

8重畳部

【0086】このトナーX-1に、キャボット製シリカTS720を、8重畳%外添混合してトナー(X-1)'を得た。トナー(X-1)'とキャリアとを、トナー濃度が8重畳%となるように、混合し、現像剤2-1を調製した。ここで、用いたキャリアは、平均粒径50μmのフェライトコアにポリメチルメタクリレート(総研化学製)を1重畳%コートしたキャリアであった。得られた現像剤2-1、及びV500(富士ゼロックス社製)の改造機を用いて、画質評価を行った。

【0087】(評価)以下に用いた画質評価を簡単に説明する。

(1)ベタ画像の均一性：上記V500改造機により、現像剤を温度22℃及び湿度55%の環境下で、最終転写材として富士ゼロックス製Jコート紙を用いて面積率10%の画像を10万枚出力した。10万枚出力後のベタ画像のベタ均一性を、以下の基準を用いて評価した。

【0088】

○：濃度むらの発生が見られない、

△：わずかに濃度むらが観察される、

×：明らかに濃度むらが観察される、

【0089】(2)画質特性評価：上記(1)と同様な環境下で、10万枚の画像を出力して10万枚出力後の画質評価を行った。但し、以下の(i)細線再現性及び(i)背景部かぶりに示す条件下で各々の評価を行った。

【0090】(2)-(i)細線再現性：感光体上に線幅50μmになる様に細線の画像を形成し、それを転写および定着した。この転写材上の定着像の細線の画像をVH-6200マイクロハイスコープ(キーエンス社製)を用いて倍率175倍で観察した。その具体的評価基準は以下の通りであり、このうち○を許容範囲とした。

【0091】

○：細線がトナーで均一に埋まりエッジ部の乱れなし、  
△：細線がトナーで均一に埋まっているが、エッジ部でぎざぎざが目立つ、及び

×：細線がトナーで均一に埋まっておらず、エッジ部でぎざぎざが非常に目立つ、

【0092】(2)-(i)背景部かぶり：非画像部におけるトナーの飛散程度を観察した。その具体的評価基準は以下の通りであり、このうち○を許容範囲とした。

【0093】

○：肉眼でかぶりが観察されない、

△：肉眼でかぶりがやや観察される、及び

×：かぶりが著しい、

【0094】(3)転写効率：感光体上から用紙にトナ

ーを転写したときの、感光体上に残るトナー量と、用紙上のトナー量とを用いて、下記式で算出したものを転写効率の評価とした。

10 転写効率(%) = 用紙上のトナー量 / (用紙上のトナー量 + 感光体上に残るトナー量) × 100

【0095】(4)連続複写試験：V500改造機での連続複写試験を10万枚実施した。詳しくは、画像比率10%の画像を22℃、55%RHの環境条件で連続複写した。その具体的評価基準は以下の通りであり、このうち○を許容範囲とした。

【0096】

○：10万枚においても、画質劣化が生じない、

△：8万枚以上10万枚未満で、画質劣化が生じる、

×：5万枚以上8万枚未満で、画質劣化が生じる、

××：3万枚以上5万枚未満で、画質劣化が生じる、及び

×××：3万枚未満で、画質劣化が生じる、

【0097】これらの評価の結果、現像剤2-1を用いる実施例1は、転写効率がやや低い(87.5%)が、鮮明な画像であり、ベタ部の画像の埋まりも良好であり、細線再現に乱れもなく、かぶりのない画像であり、使用可能なレベルの画像が得られた。

【0098】(実施例2)

樹脂分散液A-1の調製：下記の組成を混合溶解したものを用意した。

スチレン	300g
------	------

n-ブチルアクリレート	100g
-------------	------

アクリル酸	8g
-------	----

ドデカンチオール	3g
----------	----

【0099】非イオン性界面活性剤ノニボル400

(三洋化成製)3g、アニオン性界面活性剤ネオゲンSC

C(第一工業製薬製)5gをイオン交換水250gに溶

40 解したもの、上記溶解物をフラスコ中で分散、乳化し、単体乳化液を調製した。さらに、イオン交換水300gにノニボル400を3g、ネオゲンSCを5g

溶解し、10分間ゆっくりと混合しながら界面活性剤水

溶液の窒素置換を行った。その後、界面活性剤水溶液を

75℃に昇温し、単体乳化液の50%を界面活性剤水

溶液に滴下した。その後、この反応液に過硫酸アンモニ

ウム4gを溶解したイオン交換水50gを投入し、単体

50 【0100】これにより、中心径200nm、ガラス転

(11)

特開2001-255703

19

20

移点53.5℃、重畳平均分子量47000、数平均分子量12500のアニオン性樹脂分散液A-1を得た。この分散液のゼータ電位を測定したところ、pH2.5で-55mVであった。

サイアン顔料 PB15:3 (銅フタロシアニン 大日本インク製) 50g  
 アニオン性界面活性剤ネオゲンSC 5g  
 イオン交換水 200g

【0102】樹脂分散液C-1の調製：下記組成を混合し、97℃に加熱した後、IKA製ウルトラタックスT50にて分散した。その後、ゴーリンホモジナイザー(昭和商事製)で分散処理し、105℃、550kg※

ポリワックス725 50g  
 (ポリエチレンワックス(東洋ペトロライト社製))  
 アニオン性界面活性剤ネオゲンSC 5g  
 イオン交換水 200g

【0103】凝集トナー粒子X-1の調製：下記の組成を丸型ステンレス製フラスコ中でウルトラタックスT50で混合分散した後、加熱用オイルバスでフラスコ内★

樹脂分散液A-1 200g  
 顔料分散液B-1 30g  
 樹脂分散液C-1 40g (約8%相当)  
 ポリ塩化アルミニウム10重畳%水溶液 1.5g  
 (浅田化学社製)

【0104】その後、得られた内容物を光学顕微鏡で観察すると、約4.5μmの凝集粒子が生成していることが確認された。ここに、樹脂分散液A-1を緩やかに100g追加し、さらに加熱用オイルバスの温度を上げて50℃で1時間保持した。得られた内容物を光学顕微鏡で観察すると、約5.5μmの凝集粒子が生成していることが確認された。

【0105】その後、ここに1N水酸化ナトリウムを15g追加した後、ステンレス製フラスコを密閉し、磁力シールを用いて攪拌を継続しながら85℃まで加熱し、4時間保持した。冷却後、ろ過し、イオン交換水で充分洗浄後、乾燥して凝集トナー粒子X-2を得た。この凝集トナー粒子X-2の粒径をコールターカウンターで測定すると5.5μmであった。また、体積粒度分布の指標である体積GSDは1.20であり、GSD<sub>p5</sub>は1.25であり、形状係数SF1は1.15のほぼ球形であった。さらに、この凝集トナー粒子X-2の表面性指標は1.56であった。

【0106】実施例1と同様に、凝集トナー粒子X-2にキャボット製シリカTS720を1.2重畳%外添混合しトナー(X-2)を得た。トナー(X-2)とキャリアとを、トナー濃度が8重畳%となるように、混合し、現像剤Z-2を調製した。ここで、用いたキャリアは、平均粒径50nmのフェライトコアにポリメチルメタクリレート(経研化学製)を1重畳%コートしたキャリアであった。得られた現像剤Z-2、及びV500改造機を用いて、実施例1と同様に、画質評価を行っ

【0101】顔料分散液B-1の調製：下記組成を混合溶解し、ホモジナイザー(IKAウルトラタックス)と超音波照射により分散し、中心粒径150nmの青顔料分散液B-1を得た。

※/cm<sup>2</sup>の条件で20回処理することで、中心径190nm、GSD<sub>p5</sub>が1.8、GSD<sub>pL</sub>が1.5のワックス分散液C-1を得た。

★の内容物を攪拌しながら48℃まで加熱し、48℃で30分間保持した。

た。

【0107】画質評価の結果、実施例2の現像剤Z-2を用いると、鮮明かつ緻密な細線再現性を示す、かぶりが皆無の画像が得られた。転写効率を測定すると99.2%という高い値を示した。また、連続複写試験を10万枚実施したが、画質の低下はみられなかった。

30 【0108】(比較例1)

樹脂分散液A-2の調製：下記の組成を混合溶解したものを用意した。

スチレン 300g  
 n-ブチルアクリレート 100g  
 アクリル酸 6g  
 ドデカンチオール 3g

【0109】非イオン性界面活性剤ノニボル400(三洋化成製)5g、アニオン性界面活性剤ネオゲンSC(第一工業製薬製)5gをイオン交換水250gに溶解したものに、上記溶解物をフラスコ中で分散、乳化し、単体乳化液を調製した。さらに、イオン交換水300gにノニボル400を5g、ネオゲンSCを5g溶解し、10分間ゆっくりと混合しながら界面活性剤水溶液の置換を行った。その後、75℃に昇温し、単体乳化液の50%を界面活性剤水溶液に滴下した。その後、この反応液に過硫酸アンモニウム3gを溶解したイオン交換水50gを投入し、単体乳化液の50%を1時間にわたって滴下した。その後、フラスコの内容物を攪拌しながらオイルバスで75℃に保持し、4時間そのまま乳化重合を継続した。

50

(12)

特開2001-255703

21

【0110】これにより、中心径140nm、ガラス転移点53.0℃、重畳平均分子量Mw55000、数平均分子量Mn16000のアニオン性樹脂分散液A-2を得た。この分散液A-2のゼータ電位を測定したところ、pH2.5で-46mVであった。

【0111】実施例2において、樹脂分散液A-1を上記樹脂分散液A-2に変更した以外、実施例2と同様の手順を用いて、凝集トナー粒子X-3を調製した。なお、調製の途中で、樹脂分散液A-2を100g追加前後に得られた粒子を光学顕微鏡で観察したところ、追加前が約4.0μmであり、追加後が約5.2μmの粒子の生成が確認された。

【0112】最終的に得られた凝集トナー粒子X-3をコールターカウンターでその粒径を測定すると5.4μmであった。また、体積粒度分布の指標である体積GSDは1.25であり、GSD<sub>p</sub>Sは1.28であり、形状係数SF1は1.19のほぼ球形であった。さらに、この凝集トナー粒子X-3の表面性指標は2.20であった。

【0113】実施例2と同様に、凝集トナー粒子X-3にキャボット製シリカTS720を1.2重畳%外添混合しトナー(X-3)'を得た。トナー(X-3)'と実施例2で用いたキャリアとを、トナー濃度が8重畳%となるように、混合し、現像剤Z-3を調製した。得られた現像剤Z-3、及びV500改造機を用いて、実施例1と同様に、画質評価を行った。

【0114】画質評価の結果、比較例1の現像剤Z-3を用いると、実施例2の現像剤Z-2の結果と比較するとやや劣るが、鮮明かつ緻密な細線再現性を示す。かぶりが皆無の画像が得られた。但し、ベタ画像の埋まりにやや不均一が観察された。転写効率を測定すると95.2%という実施例2と比較するとかなり低い値が得られた。また、連続複写試験を実施したが、8万枚でかぶりの発生が観察されたため、中止した。

【0115】(実施例3)

樹脂分散液A-3の調製：下記の組成を混合溶解したものを用意した。

スチレン 290g  
n-ブチルアクリレート 110g

樹脂分散液A-3

顔料分散液B-2

離型剤分散液C-2

ポリ塩化アルミニウム10重畳%水溶液

(浜田化学社製)

【0121】その後、得られた内容物を光学顕微鏡で観察すると、約5.2μmの凝集粒子が生成していることが確認された。ここに、樹脂分散液A-3を緩やかに100g追加し、さらに加熱用オイルバスの温度を上げて52℃で1時間保持した。得られた内容物を光学顕微鏡で観察すると、約6.0μmの凝集粒子が生成している

22

\*アクリル酸 10g  
ドデカンチオール 4g  
ジビニルベンゼン 0.4g

【0116】非イオン性界面活性剤ノニボル400

(三洋化成製)3g、アニオン性界面活性剤ネオゲンSC(第一工業製薬製)5gをイオン交換水250gに溶解したものに、上記溶解物をフラスコ中で分散、乳化し、単量体乳化液を調製した。さらに、イオン交換水300gにノニボル400を3g、ネオゲンSCを5gを溶解し、10分間ゆっくりと混合しながら界面活性剤水溶液の窒素置換を行った。その後、75℃に昇温し、単量体乳化液の30%を界面活性剤水溶液に滴下した。その後、この反応液に過硫酸アンモニウム5gを溶解したイオン交換水50gを投入し、単量体乳化液の70%を1時間30分にわたって滴下した。その後、フラスコの内容物を攪拌しながらオイルバスで75℃に保持し、4時間そのまま乳化重合を継続した。

【0117】これにより、中心径180nm、ガラス転移点52.0℃、重畳平均分子量Mw39000、数平均分子量Mn10500のアニオン性樹脂分散液A-3を得た。この分散液A-3のゼータ電位を測定したところ、pH2.5で-66mVであった。

【0118】顔料分散液B-2の調製：上記顔料分散液B-1の調製において、サイアン顔料をカーボンブラックR330(キャボット製)に代えた以外、分散液B-1と同様の方法により、中心粒径100nmのカーボン分散液B-2を得た。

【0119】離型剤分散液C-2の調製：上記離型剤分散液C-1の調製において、ポリワックス725(ポリエチレンワックス(京洋ベトロライト社製))をFP100(フィッシュアートロブシワックス 日本精ロウ)に代えた以外、分散液C-1と同様の方法を用いて、中心径160nm、GSD<sub>v</sub>Sが1.9、GSD<sub>v</sub>Lが1.8のワックス分散液C-2を得た。

【0120】凝集トナー粒子X-4の調製：下記の組成を丸型ステンレス製フラスコ中でウルトラタックスT50で混合分散した後、加熱用オイルバスでフラスコ内の内容物を攪拌しながら50℃まで加熱し、50℃で30分間保持した。

200g  
30g  
30g(約6%相当)  
1.5g

ことが確認された。

【0122】その後、ここに1N水酸化ナトリウムを15g追加した後、ステンレス製フラスコを密閉し、磁力シールを用いて攪拌を継続しながら85℃まで加熱し、4時間保持した。冷却後、ろ過し、イオン交換水で充分洗浄後、乾燥して凝集トナー粒子X-4を得た。この凝

(13)

特開2001-255703

23

集トナー粒子X-4の粒径をコールターカウンターで測定すると6.0 $\mu$ mであった。また、体積粒度分布の指標である体積GSDは1.17であり、GSDpSは1.22と極めて狭い粒度分布を示した。形状係数SF1は1.18のほぼ球形であった。さらに、この凝集トナー粒子X-4の表面性指標は1.50であった。

【0123】実施例1と同様に、凝集トナー粒子X-4にキャボット製シリカTS720を1.2重量%外添混合しトナー(X-4)を得た。トナー(X-4)と実施例1で用いたキャリアとを、トナー濃度が8重量%となるように、混合し、現像剤Z-4を調製した。得られた現像剤Z-4、及びV500改造機を用いて、実施例1と同様に、画質評価を行った。

【0124】画質評価の結果、実施例3の現像剤Z-4を用いると、鮮明かつ微密な細線再現性を示す、かぶりが皆無の画像が得られた。転写効率を測定すると99.9%という高い値を示した。また、連続複写試験を10万枚実施したが、画質の低下はみられなかった。

【0125】(比較例2)

顔料分散液B-3の調製：上記顔料分散液B-2の調製と同じ組成を用いた。但し、得られたカーボン分散液B-3は、その分散液中のカーボンブラック粒子の中心粒径が260nmであった。

【0126】凝集トナー粒子X-5の調製：実施例3での凝集トナー粒子X-4の調製において、顔料分散液B-2を顔料分散液B-3に代えた以外、実施例3と同様な方法により凝集トナー粒子X-5を調製した。得られ

FP100

(フィッシャー・トロプシュワックス(日本精ロウ社製))

アニオン性界面活性剤ネオゲンSC

イオン交換水

【0130】凝集トナー粒子X-6の調製：実施例3での凝集トナー粒子X-4の調製において、離型剤分散液C-2を離型剤分散液C-3に代えた以外、実施例3と同様な方法により凝集トナー粒子X-6を調製した。なお、調製の途中で、樹脂分散液A-3を100g追加後に得られた粒子を光学顕微鏡で観察したところ、追加前が約5.5 $\mu$ mであり、追加後が約6.2 $\mu$ mの粒子の生成が確認された。

【0131】最終的に得られた凝集トナー粒子X-6の粒径をコールターカウンターで測定すると6.2 $\mu$ mであった。また、体積粒度分布の指標である体積GSDは1.25であり、GSDpSは1.32とやや微粉側に広い粒度分布を示した。形状係数SF1は1.20のほぼ球形であった。さらに、この凝集トナー粒子X-6の表面性指標は2.88であった。

【0132】実施例1と同様に、凝集トナー粒子X-6にキャボット製シリカTS720を1.2重量%外添混合しトナー(X-6)を得た。トナー(X-6)と実施例1で用いたキャリアとを、トナー濃度が8重量%

24

凝集トナー粒子X-5の粒径をコールターカウンターで測定すると6.0 $\mu$ mであった。また、体積粒度分布の指標である体積GSDは1.24であり、GSDpSは1.29とやや微粉側に広い粒度分布を示した。形状係数SF1は1.16のほぼ球形であった。さらに、この凝集トナー粒子X-5の表面性指標は2.65であった。

【0127】実施例1と同様に、凝集トナー粒子X-5にキャボット製シリカTS720を1.2重量%外添混合しトナー(X-5)を得た。トナー(X-5)と実施例1で用いたキャリアとを、トナー濃度が8重量%となるように、混合し、現像剤Z-5を調製した。得られた現像剤Z-5、及びV500改造機を用いて、実施例1と同様に、画質評価を行った。

【0128】画質評価の結果、比較例2の現像剤Z-5を用いると、細線再現が途切れた、かぶりの若干見られる画像が得られた。転写効率を測定すると94.4%というやや低い値を示した。また、連続複写試験を行ったが、5万枚でカブリが増加し中止した。

【0129】(比較例3)

離型剤分散液C-3の調製：下記組成を混合し、97℃に加熱した後、IKA製ウルトラタックスT50にて分散した。その後、ゴーリンホモジナイザー(暨和商事製)で分散処理し、98℃、350kg/cm<sup>2</sup>の条件で5回処理することで、中心径310nm、GSDpSが2.2、GSDpLが2.1のワックス分散液C-3を得た。

50g

5g

200g

となるように、混合し、現像剤Z-6を調製した。得られた現像剤Z-6、及びV500改造機を用いて、実施例1と同様に、画質評価を行った。

【0133】画質評価の結果、比較例3の現像剤Z-6を用いると、やや細線再現が途切れた、ベタの埋まりも悪い、かぶりの見られる画像が得られた。転写効率を測定すると93.5%という、球形トナーを用いたとしてはかなり低い値を示した。また、連続複写試験を行ったが、4万5千枚でカブリが増加し中止した。

【0134】(実施例4)

樹脂分散液A-4の調製：下記の組成を混合溶解したものを用意した。

スチレン 320g

n-ブチルアクリレート 80g

アクリル酸 10g

ドデカンチオール 5g

【0135】非イオン性界面活性剤ノニボル400(三洋化成製)3g、アニオン性界面活性剤ネオゲンSC(第一工業製薬製)5gをイオン交換水250gに溶

(14)

特開2001-255703

25

解したもの、上記溶解物をフラスコ中で分散、乳化し、単量体乳化液を調製した。さらに、イオン交換水300gにノニポール400を3g、ネオゲンSCを5g溶解し、10分間ゆっくりと混合しながら界面活性剤水溶液の窒素置換を行った。その後、界面活性剤水溶液を75℃に昇温し、単量体乳化液の50%を界面活性剤水溶液に滴下した。その後、この反応液に過硫酸アンモニウム4gを溶解したイオン交換水50gを投入し、単量体乳化液の50%を1時間にわたって滴下した。その後、フラスコ内の内容物を攪拌しながら、オイルバスで\*10

得た。

マゼンタ顔料R122	50g
(ジメチルキナクドリン(大日本インク社製))	
アニオン性界面活性剤ネオゲンSC	5g
イオン交換水	200g

【0138】 顔料分散液C-4の調製：下記組成を混合し、加圧下で110℃に加熱した後、1KA製ウルトララックスT50にて分散した。その後、ゴーリンホモジナイザー(鹽田商事製)で分散処理し、120℃、※

ハイワックス100P	50g
(ポリエチレンワックス(三井化学製))	
アニオン性界面活性剤ネオゲンSC	5g
イオン交換水	200g

【0139】 凝集トナー粒子X-7の調製：下記の組成を丸型ステンレス製フラスコ中でウルトララックスT50で混合分散した後、加熱用オイルバスでフラスコ内★

樹脂分散液A-4	200g
顔料分散液B-4	30g
顔料分散液C-4	40g(約8%相当)
ポリ塩化アルミニウム10重量%水溶液	1.5g
(浅田化学社製)	

【0140】 その後、得られた内容物を光学顕微鏡で観察すると、約4.8μmの凝集粒子が生成していることが確認された。ここに、樹脂分散液A-4を緩やかに100g追加し、さらに加熱用オイルバスの温度を上げて52℃で1時間保持した。得られた内容物を光学顕微鏡で観察すると、約5.8μmの凝集粒子が生成していることが確認された。

【0141】 その後、ここに1N水酸化ナトリウムを15g追加した後、ステンレス製フラスコを密閉し、磁力シールを用いて攪拌を継続しながら85℃まで加熱し、4時間保持した。冷却後、ろ過し、イオン交換水で充分洗浄後、乾燥して凝集トナー粒子X-7を得た。この凝集トナー粒子X-7の粒径をコールターカウンターで測定すると5.9μmであった。また、体積粒度分布の指標である体積GSDは1.18であり、GSD<sub>PS</sub>は1.26であり、形状係数SF1は1.18のほぼ球形であった。さらに、この凝集トナー粒子X-7の表面性指標は1.80であった。

★

マゼンタ顔料R122	50g
------------	-----

26

\*75℃に保持し、4時間そのまま乳化重合を継続した。  
【0136】 これにより、中心径240nm、ガラス転移点55.2℃、重畳平均分子量Mw32000、数平均分子量Mn10200のアニオン性樹脂分散液A-4を得た。この分散液のゼータ電位を測定したところ、pH2.5で-71mVであった。  
【0137】 顔料分散液B-4の調製：下記組成を混合溶解し、ボールミル(1Lスケールガラスボール、体積率35%)により10時間分散し、中心粒径120nmのマゼンタ顔料分散液B-4を得た。

※550kg/cm<sup>2</sup>の条件で20回処理することで、中心径210nm、GSD<sub>VS</sub>が1.5、GSD<sub>VL</sub>が1.7のワックス分散液C-4を得た。

★の内容物を攪拌しながら50℃まで加熱し、50℃で30分間保持した。

☆【0142】 実施例1と同様に、凝集トナー粒子X-7にキャボット製シリカTS720を1.2重量%外添混合しトナー(X-7)'を得た。トナー(X-2)'と実施例1で用いたキャリアとを、トナー濃度が8重量%となるように、混合し、現像剤Z-7を調製した。得られた現像剤Z-7、及びV500改造機を用いて、実施例1と同様に、画質評価を行った。

【0143】 画質評価の結果、実施例4の現像剤Z-7を用いると、鮮明かつ緻密な細線再現性を示す、かぶりが皆無の画像が得られた。転写効率を測定すると99.9%という高い値を示した。また、連続複写試験を10万枚実施したが、画質の低下はみられなかった。

【0144】 (比較例4)  
顔料分散液B-5の調製：下記組成を混合溶解し、ボールミル(1Lスケールガラスボール、体積率45%)により30時間分散し、中心粒径65nmのマゼンタ顔料分散液B-5を得た。



(15)

特開2001-255703

27

28

(ジメチルキナクトリン(大日本インク社製))

アニオン性界面活性剤ネオゲンSC

5 g

イオン交換水

200 g

【0145】凝集トナー粒子X-8の調製：実施例4での凝集トナー粒子X-7の調製において、顔料分散液B-4を顔料分散液B-5に代えた以外、実施例4と同様な方法により凝集トナー粒子X-8を調製した。なお、調製の途中で、樹脂分散液A-4を100g追加前後に得られた粒子を光学顕微鏡で観察したところ、追加前が約5.0 $\mu$ mであり、追加後が約6.0 $\mu$ mの粒子の生成が確認された。

【0146】最終的に得られた凝集トナー粒子X-8の粒径をコールターカウンターで測定すると6.0 $\mu$ mであった。また、体積粒度分布の指標である体積GSDは1.22であり、GSDpSは1.28であった。形状係数SF1は130であり、球形からはずれたジャガイモ形状であった。電子顕微鏡で観察すると、表面に大きな凹凸を有していた。さらに、この凝集トナー粒子X-8の表面性指標は3.35であった。

【0147】実施例1と同様に、凝集トナー粒子X-8\*20

\*にキャボット製シリカTS720を1.2重量%外添混合しトナー(X-8)\*を得た。トナー(X-8)\*と実施例1で用いたキャリアとを、トナー濃度が8重量%となるように、混合し、現像剤Z-8を調製した。得られた現像剤Z-8、及びV500改造機を用いて、実施例1と同様に、画質評価を行った。

【0148】画質評価の結果、比較例4の現像剤Z-8を用いると、やや細線再現が途切れた。ベタの埋まりも悪い、かぶりの見られるマゼンタ画像が得られた。転写効率を測定すると90.5%という、トナー形状の影響を反映した、かなり低い値を示した。また、連続複写試験を行ったが、2万5千枚でカブリが増加し中止した。

【0149】なお、参照のために、実施例1~4及び比較例1~4で用いた粒子の特性、及び画質評価の結果を表1にまとめた。

【0150】

【表1】

実施例1~4及び比較例1~4の評価結果

製法	実施例1 粉砕法	実施例2 凝集法	比較例1 凝集法	実施例3 凝集法	比較例2 凝集法	比較例3 凝集法	実施例4 凝集法	比較例4 凝集法
樹脂粒子ゼータ電位 mV	—	-55	-46	-66	-66	-66	-71	-71
顔料粒子平均粒径 nm	—	190	190	160	160	310	210	210
離型剤 GSDvS	—	1.8	1.8	1.9	1.9	2.2	1.5	1.5
離型剤 GSDvL	—	1.5	1.5	1.8	1.8	2.1	1.7	1.7
顔料体積平均粒径 nm	—	150	150	100	260	100	120	65
トナー平均粒径 $\mu$ m	8.8	8.8	5.4	6.0	6.0	6.2	5.9	6.0
体積 GSD	1.24	1.20	1.25	1.17	1.24	1.25	1.18	1.22
GSDpS	1.27	1.25	1.28	1.22	1.29	1.32	1.26	1.28
形状係数 SF1	145	115	119	118	116	120	118	130
表面性指標	3.22	1.66	2.20	1.50	2.65	2.88	1.80	3.35
ベタ画像の均一性	○	○	×	○	×	×	○	△
細線再現性	○	○	△	○	×	×	○	×
濃度部かぶり	○	○	△	○	×	×	○	△
転写効率 %	87.6	99.2	95.2	99.9	94.4	93.5	99.9	90.5
連続複写試験	○	○	×	○	×	×	○	×

【0151】

【発明の効果】本発明により、すぐれた現像、転写性能をもたらす、すぐれた性能安定性及び高画質高信頼性をもたらす静電荷現像用トナー、静電荷現像用現像剤\*40

\*及びそれらの製造方法、並びに画像形成方法を提供することができる。また、前記静電荷現像用トナーの製造方法に適した樹脂微粒子分散液及び離型剤分散液を提供することもできる。

フロントページの続き

(72)発明者 前畑 英雄  
神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロックス株式会社内  
(72)発明者 諏訪部 正明  
神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロックス株式会社内

(72)発明者 角倉 康夫  
神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロックス株式会社内  
Fターム(参考) 2H05 AA06 AB03 CA13 CA14 EA05  
EA10 FA02